

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND

DEUTSCHES  
PATENTAMT

(12) **Offenlegungsschrift**  
**(11) DE 3217751 A1**

(51) Int. Cl. 3:

**C 04B 35/46**

C 01 G 23/047

(71) Anmelder:

Degussa AG, 6000 Frankfurt, DE

- (21) Aktenzeichen: P 32 17 751.8
- (22) Anmeldetag: 12. 5. 82
- (43) Offenlegungstag: 17. 11. 83

(72) Erfinder:

Ettlinger, Manfred, Dr., 8757 Karlstein, DE; Ferch,  
Hort, Dr., 6454 Bruchköbel, DE; Koth, Detlev, Dr.,  
7889 Grenzach-Wyhlen, DE; Simon, Edgar, 6463  
Freigericht, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

Es werden Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid unter Verwendung von sauer reagierenden organischen oder anorganischen Verbindungen hergestellt. Da der Zusatz von Bindemitteln wie Kieselgel, Kaolin etc. vermieden wird, erhält man Preßlinge mit einem Titandioxidgehalt von bis zu 99 Gew.%, mit einem zugänglichen Porenvolumen von 45–55% des Preßlingvolumens und einer Härte von mindestens 16 kp, die für den Einsatz als Katalysatorträger geeignet sind. (32 17 751)

1 Degussa Aktiengesellschaft  
Weißenstraße 9, 6000 Frankfurt am Main

5

Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid,  
Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

10 Patentansprüche:

1. Preßlinge, bis zu 99 Gew.-% bestehend aus  
pyrogen hergestelltem Titandioxid, gegebenen-  
falls mit einem  $\text{SiO}_2$ -Gehalt von  $\leq 1$  Gew.-% und  
15 einem zugänglichen Porenvolumen von 45 - 55 %  
des Preßlingvolumens und einer Härte von min-  
destens 16 kp.

2. Verfahren zur Herstellung von Preßlingen aus  
pyrogen hergestelltem Titandioxid gemäß Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, daß man das pyrogen her-  
gestellte Titandioxid vorlegt, dann intensiv mit  
einem Preßhilfsmittel vermengt und dieses Gemenge  
mit einer bei höherer Temperatur leicht flüchtigen  
und/oder zersetzbaren flüssigen anorganischen  
oder organischen Säure oder einem Gemisch dersel-  
ben und/oder der wässrigen Lösung einer in Wasser  
sauer reagierenden Verbindung vermischt und an-  
schließend durchsiebt, unter der Maßgabe, daß die  
30 Vermengung mit einem Preßhilfsmittel auch nach  
der Vermischung von Titandioxid und sauer reagie-  
render Verbindung erfolgen kann,  
das gesiebte Gemisch auf bekanntem Wege in ein  
fließfähiges Pulver überführt und durch Pressen  
35 formt, die erhaltenen Preßlinge langsam vor-  
trocknet und die vorgetrockneten Preßlinge bei  
Temperaturen von  $450^{\circ}$  -  $700^{\circ}\text{C}$  tempert.

...

10005-000

- 2 -

- 1      3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Preßhilfsmittel 3 - 15 Gew.-% pulverförmigen Graphit, bezogen auf die Gesamtmenge des Gemisches einsetzt.
- 5      4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Säure zu 2 - 20 Gew.-% einsetzt, bezogen auf die Gesamtmenge des Gemisches.
- 10     5. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die wässrige Lösung eines sauer hydrolysierenden Metallsalzes einsetzt.
- 15     6. Verwendung von Preßlingen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man sie als Katalysatorträger oder Katalysatoren einsetzt.

20

25

30

35

...

1 Degussa Aktiengesellschaft  
Weißenstraße 9, 6000 Frankfurt am Main

5 Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid,  
Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

10 Die Erfindung betrifft Preßlinge aus hochdispersem  
pyrogen hergestelltem Titandioxid, Verfahren zu  
ihrer Herstellung sowie deren Verwendung.

15 Pyrogenes Titandioxid wird durch Hochtemperatur-  
hydrolyse einer verdampfbaren Titanverbindung, in  
der Regel Titanetrachlorid, in einer Knallgasflamme  
hergestellt. Dieses Verfahren wird in der DE-PS  
870 242 (1953) beschrieben. Die entstehenden Pro-  
dukte haben überwiegend Anatasstruktur. Sie sind  
hydrophil, sehr rein und äußerst feinteilig. Die  
20 Primärteilchen (DIN 53206) zeigen in elektronen-  
mikroskopischen Aufnahmen Kugelform und Durchmesser  
von 10 - 100 nm. Ein im Handel befindliches Produkt  
hat eine mittlere Primärteilchengröße von 30 nm.  
Definierte Agglomerate (nach DIN 53206) existieren  
25 nicht, ihre Größe hängt von der Vorbehandlung bzw.  
Handhabung der Substanz ab. Die Oberfläche der Teil-  
chen ist glatt und porenfrei. Es besteht nur eine  
äußere, leicht zugängliche Oberfläche. Die spezifi-  
sche Oberfläche nach BET kann - je nach Produktions-  
30 bedingungen - zwischen 20 und 100 m<sup>2</sup>/g liegen. Das  
erwähnte Handelsprodukt weist eine spezifische  
Oberfläche von 50 ± 15 m<sup>2</sup>/g auf.

35 Aufgrund der hohen Reinheit, der hohen spezifischen  
Oberfläche und des Fehlens von Poren wurde pyrogen  
hergestelltes Titandioxid als Titandioxid-Komponente

...

1 oder als Trägermaterial in Katalysatorsystemen einge-  
setzt (V.Rieves-Arnau, G. Munuera, Appl. Surface Sci. 6  
(1980) 122; N.K. Nag, T.Fransen, P.Mars, J. Cat. 68,  
77 (1981); F.Solymosi, A.Erdöhelyi, M. Kocsis,  
5 J. Chem. Soc. Faraday Trans 1, 77, 1003 (1981);  
D.G. Mustard, C.H. Bartholomew, J. Cat. 67, 186 (1981);  
M.A. Vannice, R.L. Garten, J. Cat. 63, 255 (1980),  
M.A. Vannice, R.L. Garten, J. Cat. 66, 242 (1980).

10 In den aufgeführten Literaturzitaten werden jedoch nur  
pulverförmige Katalysatorsysteme behandelt.  
Soll pyrogen hergestelltes Titandioxid im technischen  
Maßstab in Katalysatorsystemen verwendet werden, ist  
es zweckmäßig, das pulverförmige Produkt in einen  
15 Formkörper unter weitgehender Erhaltung der spezifi-  
schen Oberfläche und deren leichter Zugänglichkeit  
zu überführen. Bisher bekannt ist die Herstellung von  
Formkörpern aus hergestellter feinteiliger Kiesel-  
säure bzw. Aluminiumoxid unter Verwendung von Kiesel-  
20 säuresol (Chem.Ing. Tech. 52 (1980) 628-634).  
Die erhaltenen Formkörper sind jedoch mit einer Härte  
von nur 4,3 kp (Siliciumdioxid) bzw. 5,6 kp (Alumi-  
niumoxid) für den Einsatz in Katalysatorschüttungen  
wenig geeignet.

25 Der wesentliche Nachteil des bekannten Verfahrens be-  
steht darin, daß als Bindemittel in jedem Fall Kiesel-  
säuresol eingesetzt werden muß. Das führt dazu, daß die  
Formkörper neben dem feinteiligen Metallocid immer  
30 auch in beträchtlichen Mengen Siliciumdioxid enthalten,  
das aus dem Bindemittel herrührt. Störend kann sich  
dieser Gehalt insbesondere dann auswirken, wenn als  
feinteiliges Metallocid z.B. Aluminiumoxid eingesetzt  
wird, da aufgrund des erheblichen Anteils an Silicium-  
35 dioxid im Formkörper die katalytische Wirkung des  
Aluminiumoxids dann nicht mehr unverfälscht zum Tragen  
kommt.

...

- 5 -

1 Aufgabe der Erfindung ist ein Preßling aus pyrogen hergestelltem Titandioxid, der unter weitgehender Erhaltung der spezifischen Oberfläche im Vergleich zum Ausgangsmaterial hergestellt werden kann, eine für die  
5 Verwendung in Katalysatorschüttungen ausreichende Härte aufweist und vor allem bis zu 99 Gew.-% aus TiO<sub>2</sub> bestehen kann. Der Einsatz von ansonsten gebräuchlichen Bindemitteln wie z.B. Kieselgel, Wasserglaslösungen oder Kaolin soll bei der Herstellung vermieden  
10 werden, um nicht zwangsweise eventuell katalytisch wirksamen Fremdoxide in den Preßling einzubringen.

Gegenstand der Erfindung sind Preßlinge, die bis zu 99 Gew.-% aus pyrogen hergestelltem Titandioxid  
15 bestehen und gegebenenfalls einen SiO<sub>2</sub>-Gehalt von  $\leq$  1 Gew.-% besitzen, mit einem zugänglichen Porenvolumen von 45 - 55 % des Preßlingvolumens und einer Härte von mindestens 16 kp.

20 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Preßlingen aus pyrogen hergestelltem Titandioxid gemäß Anspruch 1, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man das pyrogen hergestellte Titandioxid vorlegt, dann intensiv mit einem Preßhilfsmittel ver-  
25 mengt und dieses Gemenge mit einer bei höherer Temperatur leicht flüchtigen und/oder zusetzbarer flüssiger anorganischen oder organischen Säure oder einem Gemisch derselben und/oder der wässrigen Lösung einer in Wasser sauer reagierenden Verbindung vermischt und anschließend durchsiebt, unter der Maßgabe, daß die Vermengung mit einem Preßhilfsmittel auch nach der Vermischung von  
30 Titandioxid und sauer reagierender Verbindung erfolgen kann,  
35 das gesiebte Gemisch auf bekanntem Wege in ein fließfähiges Pulver überführt und durch Pressen formt, die

...

1 erhaltenen Preßlinge langsam vortrocknet und die vor-  
getrockneten Preßlinge bei Temperaturen von 450° -  
700°C tempert.

5 Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens sind  
prinzipiell alle Mischer oder Mühlen geeignet, die  
eine gute Homogenisierung ermöglichen, wie z.B.  
Schaufel-, Wirbelschicht-, Kreisel- oder Luftstrom-  
mischer. Besonders geeignet sind Mischer, mit denen  
10 eine zusätzliche Verdichtung des Mischgutes möglich  
ist, z.B. Pflugscharmischer, Kollergänge, Kugelmühlen  
oder Schwingmühlen.

Die flüssigen Komponenten können dabei auf das in den  
15 genannten Geräten vorgelegte Oxid aufgesprüht oder in  
sonst geeigneter Form eindosiert werden.

Als Preßhilfsmittel werden mehrfunktionelle Alkohole  
eingesetzt, davon bevorzugt Äthandiol, Glycerin,  
Erythrite, Pentite, Hexite, wie z.B. Sorbit.

20 In einer bevorzugten Ausführungsform wird pulverför-  
miger Graphit in einer Menge von 2 - 15 Gew.-%, be-  
vorzugt von 3 - 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamt-  
menge der Mischung, als Preßhilfsmittel mit dem vorge-  
25 legten Titandioxid vermenigt.

Als Säuren besonders geeignet sind flüssige organische  
Säuren wie z.B. Ameisen-, Essig-, Chloressig-, Propion-  
oder Buttersäure bzw. ein Gemisch derselben.

30 Bevorzugt eingesetzt werden vor allem auch die wasser-  
löslichen organischen Säuren wie z.B. Malon-, Oxal-,  
Citronen-, Isocitronen-, Äpfel-, Wein- oder Glykolsäure  
bzw. ein Gemisch derselben. Außer diesen Säuren, deren  
35 Acidität durch Carboxylgruppen verursacht wird, sind  
auch organische Säuren besonders geeignet, die anor-

...

1 ganische saure Gruppen enthalten wie z.B. Paratoluolsulfonsäure. Flüssige anorganische Säuren wie z.B. Salzsäure oder Salpetersäure eignen sich ebenfalls. Besonders geeignet sind Säuremengen von 2 - 20 Gew.-%, 5 bevorzugt 3 - 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgemenge. Dabei reichen bei der Anwendung von stärkeren Säuren kleinere Mengen aus als bei der Anwendung von schwächeren Säuren.

10 Es ist jedoch nicht notwendig, eine freie Säure einzusetzen. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann die wässrige Lösung von hydrolysierenden, saure Lösungen bildenden Metallsalzen verwendet werden. Diese Variante erweist sich dann als besonders wertvoll, 15 wenn die Imprägnierung des Preßlings z.B. mit einem katalytisch aktiven Metall(oxid) vorgesehen ist. Beim erfindungsgemäßen Verfahren erhält man durch Verwendung einer sauer hydrolysierenden Verbindung dieses Metalls als Produkt einen mit Metalloxid imprägnierten 20 Preßling. Das Metalloxid kann anschließend gegebenenfalls auch zum Metall reduziert werden. Bevorzugt eingesetzt werden sauer hydrolysierende Verbindungen von Übergangsmetallen.

25 Die Konzentrationen dieser Verbindungen in der Mischung sind so zu wählen, daß sie dem gewünschten Gehalt an katalytisch aktivem Metall(oxid) im Preßling entsprechen.

30 Sollte die gewünschte Konzentration sehr gering sein, kann zusätzlich eine der erfindungsgemäß verwendbaren Säuren zugesetzt werden, um Preßlinge mit ausreichender Festigkeit herzustellen.

35 Gemäß Erfindung ist auch die Dotierung der Preßlinge mit Nichtmetalloxiden möglich wie z.B. Phosphoroxid.

...

1 Zu diesem Zweck wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als Säure Phosphorsäure eingesetzt.  
 Nach dem Mischprozeß wird das gesiebte, pulverförmige Gemisch bei Temperaturen bis 120°C, bevorzugt zwischen

5 80 und 120°C gegebenenfalls teilweise getrocknet, bis man ein fließfähiges Pulver erhält. Als fließfähig bezeichnet man dabei ein Pulver, das selbstständig beispielsweise aus dem Einfüllstutzen der Preßvorrichtung in die Preßmatrize fließt und diese homogen füllt.

10 In einer bevorzugten Ausführungsform kann man nach dem Mischprozeß 0,1 - 3 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgemisch, einer pyrogen hergestellten, hydrophobierten Kieselsäure, wie z.B. Aerosil R 972 zusetzen, die zu

15 85 Gew.-% Wasser in adsorbierter Form enthält.

In diesem Fall erhält man, ohne daß eine teilweise Trocknung notwendig wäre, ein freifließendes Pulver, das anschließend verpreßt werden kann.

20 Dieser Weg der Überführung in ein fließfähiges Pulver kann natürlich nur dann gewählt werden, wenn die so eingeführten geringen SiO<sub>2</sub>-Mengen bei der weiteren Verwendung des Preßlings nicht stören.

25 Das Verpressen kann man mit jeder Vorrichtung durchführen, die einen Stempeldruck von 0,5 bis 2 t/cm<sup>2</sup> erreicht. Bevorzugt wendet man einen Bereich von 1 - 2 t/cm<sup>2</sup> an. Die erhaltenen Preßlinge werden anschließend bei Temperaturen von 20 bis 100°C, bevorzugt von 20°C bis 50°C, vorgetrocknet.

30 Die vorgetrockneten Preßlinge können anschließend bei einer Temperatur von 450 bis 700°C, vorzugsweise von 500 bis 600°C getempert werden.

35

...

1 Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erzeugten Produkte sind als Katalysatorträger bzw. Katalysatoren geeignet.

5 45 - 55 % des Preßlingvolumens bestehen aus zugänglichen Hohlräumen. Das bedeutet, daß die Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid, die im Mittel ein Volumen von  $0,38 \text{ cm}^3$  besitzen, ein zugängliches Porenvolumen von  $0,17 - 0,21 \text{ cm}^3/\text{Preßling}$  aufweisen.

10 Das Schüttgewicht beträgt etwa 1200 g/l. Das erfindungsgemäße Verfahren weist den Vorteil auf, daß die hergestellten Preßlinge eine Bruchfestigkeit von mindestens 16 kp besitzen und so z.B. in Katalysatorschüttungen gegen mechanischen Beanspruchung widerstandsfähig sind. Zugleich besitzen die Preßlinge eine hohe Oberfläche, die nur in begrenztem Umfang den Oberflächenwert des Ausgangsoxides unterschreitet.

15 20 Aufgrund des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es weiterhin möglich, ohne Verwendung von  $\text{SiO}_2$ -haltigen Bindemitteln aus pyrogen hergestelltem Titandioxid Preßlinge zu gewinnen. Es können also auf der einen Seite  $\text{TiO}_2$ -Preßlinge

25 30 hergestellt werden, deren  $\text{TiO}_2$ -Gehalt allein durch die Reinheit des eingesetzten  $\text{TiO}_2$  bestimmt wird, da die bevorzugt eingesetzten organischen Säuren wie z.B. Essigsäure oder Citronensäure und das Preßhilfsmittel Graphit nach der vorgeschriebenen Temperaturbehandlung des Preßlings verdampft bzw. oxidiert oder zersetzt sind.

35 Auf der anderen Seite kann aber durch die gezielte Auswahl von sauer hydrolysierten Metallsalzen ein  $\text{TiO}_2$ -Trägerkatalysator mit einem bestimmten Metallocid- bzw. nach der eventuellen Reduktion Metallgehalt hergestellt werden.

...

1 Die folgenden Beispiele dienen zur näheren Erläuterung  
der vorliegenden Erfindung.

Die Bruchfestigkeit wird mit einem Bruchfestigkeits-  
tester des Typs ZE/205 der Fa. Dr.K.Schlenninger & Co.

5 gemessen.

Das Porenvolumen der Preßlinge wird auf einfache Weise  
so bestimmt, daß man die Preßlinge in einem Glas bei  
Zimmertemperatur so lange Wasser aufnehmen läßt, bis  
keine Luftblasen mehr aufsteigen. Anschließend werden

10 die Preßlinge aus dem Wasser genommen, an der Ober-  
fläche mit einem Papier abgetrocknet und gewogen. Aus  
der Differenz zwischen dem Gewicht vor und nach der  
Wasserabsorption ergibt sich die Menge des absorbierten  
15 Wassers und damit das Porenvolumen der Preßlinge, das  
jeweils in Prozenten des Preßlingvolumens von  $0,38 \text{ cm}^3$   
in den Beispielen aufgeführt wird.

Die Messung der spezifischen Oberflächen der Preßlinge  
erfolgt nach der BET-Methode (DIN 66 131) (J.Am.Chem.  
20 Soc. 60 (1938)309).

25

30

35

...

Beispiel 1

50 g Titandioxid (Spez. Oberfläche:  $48 \text{ m}^2/\text{g}$ , Stampfdichte 150 g/l) werden mit 2,5 g Pudergraphit in einem Schlagkreuzmischer homogenisiert. Das Gemenge gibt man 5 in eine Retsch-Mühle (Kollergang) und gießt eine Lösung von 2,5 g Citronensäure in 5 g Wasser unter Mahlen hinzu. Das Gemisch wird durch ein Sieb von 1,5 mm Maschenweite gerieben und ca. 1 Stunde im Trockenschrank bei  $120^\circ\text{C}$  getrocknet.

10 Das nach dieser Behandlung gut fließende Pulver verpreßt man mit einem Pressdruck von ca.  $1,5 \text{ t/cm}^2$ . Die Preßlinge werden ca. 24 Stunden bei Raumtemperatur vorgetrocknet und danach 30 Minuten bei  $550^\circ\text{C}$  getempert.

15

Bruchfestigkeit:	17 kp
Spez. Oberfläche	$44 \text{ m}^2/\text{g}$
Porenvolumen:	47,3 %
Porenvolumen/g:	$0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

20

Beispiel 2

Wie Beispiel 1, nur mit 10 g Oxalsäure in 10 g Wasser

25

Bruchfestigkeit:	20 kp
Spez. Oberfläche	$45 \text{ m}^2/\text{g}$
Porenvolumen	45 %
Porenvolumen/g	$0,27 \text{ cm}^3/\text{g}$

30

Beispiel 3

Wie Beispiel 1, nur mit 4 g Malonsäure in 2 g warmem Wasser und Trocknung bei  $100^\circ\text{C}$

35

- 12 -

1	Bruchfestigkeit:	18 kp
	Spez. Oberfläche:	45 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen	50 %
5	Porenvolumen/g	0,35 cm <sup>3</sup> /g

Beispiel 4

Wie Beispiel 1, nur mit 4 g Eisessig

10	Bruchfestigkeit:	16 kp
	Spez. Oberfläche:	44 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	50 %
	Porenvolumen/g:	0,37 cm <sup>3</sup> /g

15

Beispiel 5

Wie Beispiel 1 nur 4 g Toluolsulfonsäure in 2 g Wasser und Trocknung von 30 Minuten bei 65°C. Die Tabletten zeigen folgende Werte:

25	Mittlere Bruchfestigkeit:	19 kp
	Spez. Oberfläche:	30 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	47,3 % des Preß- lingvolumens
	Porenvolumen/g:	0,36 cm <sup>3</sup> /g

Beispiel 6

30 Wie Beispiel 1 nur wird ein pyrogenes Titandioxid mit 68 m<sup>2</sup>/g spez. Oberfläche eingesetzt. Die Tabletten zeigen folgende Werte:

35	Mittlere Bruchfestigkeit:	16 kp
	Spez. Oberfläche:	61 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	52,6 % des Preß- lingvolumens
	Porenvolumen/g:	0,43 cm <sup>3</sup> /g

...

Beispiel 7

50 g Titandioxid (Spez. Oberfläche:  $48 \text{ m}^2/\text{g}$ ) werden mit 2,5 g Zitronensäure in 5 g Wasser langsam in einer Retschmühle versetzt. Dann gibt man 2,5 g Glycerin hinzu und mahlt. Danach wird das Gemisch durch ein Sieb mit 1,5 mm Maschenweite gerieben und 1 Stunde im Trockenschrank bei  $120^\circ\text{C}$  getrocknet. Anschließend werden 2,5 g "trockenes Wasser" (pulverförmiges Gemisch aus 85 % Wasser und 15 % pyrogener, hydrophober Kieselsäure) im Schüttelmischer zugemischt und das entstandene, gut fließfähige Pulver mit einem Preßdruck von 1 t/cm<sup>2</sup> verpreßt. Die Preßlinge werden nach 24 Stunden Lagerung bei Raumtemperatur 30 min bei  $550^\circ\text{C}$  gegläut.

15

	Mittlere Bruchfestigkeit:	18 kp
	Mittlere Spez. Oberfläche:	$42 \text{ m}^2/\text{g}$
	Porenvolumen:	47,3 % des Preßlingvolumens
20	Porenvolumen/g:	$0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

Beispiel 8

Wie Beispiel 7, nur mit 7,5 g 20%iger Salpetersäure,

25

	Mittlere Bruchfestigkeit:	19 kp
	Mittlere Spez. Oberfläche:	$46 \text{ m}^2/\text{g}$
	Porenvolumen:	47,3 % des Preßlingvolumens
30	Porenvolumen/g:	$0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

Beispiel 9

Wie Beispiel 7, nur mit 9 g 40%iger Phosphorsäure

35 Phosphoroxidgehalt ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) 7,1 %

\*\*\*

1 Mittlere Bruchfestigkeit: > 20 kp  
Mittlere Spez. Oberfläche:  $48 \text{ m}^2/\text{g}$   
Porenvolumen: 45 % des Preßling-volumens  
5 Porenvolumen/g:  $0,29 \text{ cm}^3/\text{g}$

Beispiel 10  
Wie Beispiel 7 nur mit 2,5 g Zirkonoxichlorid in  
10 5 g Wasser suspendiert.  
Zirkonoxidgehalt 1,7 g

15 Mittlere Bruchfestigkeit: 17 kp  
Mittlere Spez. Oberfläche:  $48 \text{ m}^2/\text{g}$   
Porenvolumen: 47,3 % des Preß-  
lingvolumens  
Porenvolumen/g:  $0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

Beispiel 11  
20 50 g Titandioxid (Spez. Oberfläche  $48 \text{ m}^2/\text{g}$ , Stampf-dichte 150 g/l) werden in der Retsch-Mühle (Kollergang) mit einer Lösung von 6 g Nickel(II)chlorid-Hexahydrat und 2,5 g Glycerin in 10 g Wasser unter Mahlen versetzt. Das Gemisch wird durch ein Sieb mit 1 mm Maschenweite gerieben und anschließend in einem Taumelmischer mit 1,5 g eines Pulvers aus 83 Gew. Teilen Wasser und 17 Gew. Teilen hydrophober, pyrogener Kieselsäure vereinigt.  
25 Das nach dieser Behandlung freifließende Pulver wird mit einem Druck von  $1 \text{ t}/\text{cm}^2$  verpresst. Die entstandenen Preßlinge werden 2 Stunden bei  $80^\circ\text{C}$  getrocknet und danach 1 Stunde bei  $500^\circ\text{C}$  getempert.  
30 Die Bruchfestigkeiten liegen im Mittel über 20 kp. Die spezifische Oberfläche beträgt  $43 \text{ m}^2/\text{g}$ .  
35 Der Nickeloxidgehalt beläuft sich auf 1,8 g